

APA

PRODUCTION OF METALLIC POWDER FOR POWDER METALLURGY

Patent number: JP62278201
Publication date: 1987-12-03
Inventor: ASABE KAZUTAKA; KUBO TOSHIHIKO
Applicant: SUMITOMO METAL IND
Classification:
- international: B22F1/00
- european:
Application number: JP19870036583 19870219
Priority number(s): JP19860036082 19860220

Report a data error here**Abstract of JP62278201**

PURPOSE: To prevent the segregation of fine particles and to improve the compressibility and formability of metallic powder for powder metallurgy by separately handling coarse particles and fine particles of metallic powder and uniformly sticking the fine particles to the outsides of the coarse particles to form aggregates of particles. **CONSTITUTION:** Coarse particles and fine particles of metallic powder are separately obtd. by production in separate production lines or by classification after production in the same production line. The coarse particles are mixed with the fine particles in a proper ratio and the fine particles are uniformly stuck to the outsides of the coarse particles to form aggregates of particles.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-278201

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)12月3日

B 22 F 1/00

F-7511-4K

A-7511-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全12頁)

⑮ 発明の名称 粉末冶金用金属粉末の製造方法

⑯ 特 願 昭62-36583

⑰ 出 願 昭62(1987)2月19日

優先権主張 ⑱ 昭61(1986)2月20日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭61-36082

㉑ 発 明 者 阿 佐 部 和 孝 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社総合技術研究所内

㉒ 発 明 者 久 保 敏 彦 尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社総合技術研究所内

㉓ 出 願 人 住友金属工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉔ 代 理 人 弁理士 広瀬 章一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

粉末冶金用金属粉末の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 金属粉末を粗粒分と微粒分とに区分し、両者を適正な配合比で混合して、粗粒粉の周囲に微粒粉が均一に付着した粒子集合体に造粒することを特徴とする粉末冶金用金属粉末の製造方法。

(2) 別々の製造ラインにより製造された粗粒粉と微粒粉とを配合、混合して造粒する、特許請求の範囲第1項記載の方法。

(3) 同一の製造ラインにより製造された金属粉末を分級し、得られた粗粒粉と微粒粉とを配合、混合して造粒する、特許請求の範囲第1項記載の方法。

(4) 金属粉末の製造方法が液体アトマイズ法であることを特徴とする、特許請求の範囲第2項または第3項記載の方法。

(5) 粗粒粉表面を粉末全量の1~10重量%の粘着性バインダーで被覆した後、該粗粒粉と微粒粉と

を配合、混合する、特許請求の範囲第1項ないし第4項のいずれかに記載の方法。

(6) 前記粘着性バインダーが水、植物油、鉱物油、パラフィンおよび樹脂から成る群から選んだ1種である、特許請求の範囲第5項記載の方法。

(7) 前記金属粉末が油アトマイズ粉末である、特許請求の範囲第1項ないし第6項のいずれかに記載の方法。

(8) 金属粉末の粗粒粉と微粒粉の成分または組成が互いに異なることを特徴とする、特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれかに記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、粉末冶金用金属粉末の製造方法、特に金属粉末における微粒粉の偏析を防止し、圧縮、成形性ととともに焼結性にも優れた粉末冶金用金属粉末を製造する方法に関する。

(従来の技術)

金属粉末の製造法、例えば、水アトマイズ法、

油アトマイズ法では、一般に32メッシュ(500 μ m)以下の粉末を製造しているが、かかる液体アトマイズ法により製造した金属粉末は、一般に正規分布に近い粒度分布を有する。

このようなアトマイズ粉を焼結用として使用する場合は、これらの粉末を、(アトマイズ)→(固液分離)→(乾燥)→(還元・脱炭・焼鈍)→(粉砕)→(分級)→(ブレンド)とこのようなフローに従って処理して焼結用粉末として用いている。

しかしながら、この還元・脱炭等を行う加熱処理(以下、単に加熱処理という)を含む従来技術は粉末の特性を十分出し切っていない。つまり、この加熱処理は一般に900～1150℃の高温における還元、または脱炭処理であるが、従来法では粗粒粉と微粒粉とがアトマイズ時のままの割合で混在したまま、処理されるため、品質、歩留上十分な粉末が得られていないのである。

例えば、粉末の加熱処理は、ローラースイ、ベルト伊等の移動床上に数mm～数十mm厚さの粉体

層を形成させ、ラジアントチューブなどを使った加熱方法によって、900℃以上に加熱して行うが、粗粒粉と微粒粉とが無作為に混在したままの場合、即ち、粗粒粉と微粒粉の割合をコントロールせず、また何ら予備加工しないで投入すると、粗粒粉と微粒粉とはそれぞれ偏析を起こし易く、特に微粒粉の強固な固まりができる。微粒粉は粗粒粉に比べて焼結しやすく、強固に結合するため後の粉砕工程でも解砕しにくく、粗大粒が残る。粉末冶金で使用する原料粉末は通常-60メッシュが標準であるから、粗大粒は分級して除去しなければならず、結局粉末製造工程の歩留を低下させることになる。また、偏析の存在は焼結用金属粉末として品質の劣化をもたらす。

このことは、同一温度では粒径が小さいものほど焼結し易いことに起因する。例えば、32/60メッシュでは1050℃で焼結が開始するが、-350メッシュでは750℃で焼結が開始する。

加熱処理前の粒度分布と加熱処理、粉砕後の粒子の粒度分布との比較を第1表に示す。加熱処理後、

微粒粉が極端に減少して、粗粒の割合が増加しているのが分かる。

第1表

メッシュ	+60	60/100	100/150	150/200
加熱処理前	0	6.1	11.0	18.2
加熱処理後	14.4	13.3	15.6	22.1

	200/250	250/350	-350
	9.6	21.3	33.8
	12.4	19.1	2.8

(注) 加熱処理: 980℃に30分間加熱。

さらに、微粒粉同士が付着するとポーラスな粒子となり、圧粉体としたとき、その密度、さらには焼結体密度が低くなるから、結局焼結体製品の強度低下を招く。

一方、粗粒の鉄粉に、Ni、Mo、Cu等の添加合金元素である微粒粉を添加、混合し、圧粉成形するブレミックス法においては、粗粒粉と微粒粉の粉体物性(密度、粒子形状、粒径等)が大きく異なるために、ブレミックスをおえて次工程へ送る際

送等のハンドリング中に分級する傾向にあり、偏析が生じやすい。

なお、特公昭61-36046号には微細粒子の凝集処理が提案されている。アトマイズ鉄粉の見掛け密度が高いのを改善すべく不規則形状粒子とするのである。しかし、アトマイズ鉄粉全体に凝集処理を行うため、それが本来有する優れた圧縮性の劣化は免れない。また、微粒粉の粗大化を阻止するために、加熱処理工程の管理を厳重にしなければならず、また処理後の破砕工程においても厳重な管理が必要となるなど、処理コストも高くなる心配がある。

(発明が解決しようとする問題点)

かくして、本発明の目的は、無作為に粗粒粉と微粒粉とが混在する金属粉において生じる前述の問題点を解決し、微粒粉の偏析を防止するとともに焼結特性を改善した粉末冶金用金属粉末の製造方法を提供することである。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは、上述の目的を達成すべく、種々

検討を重ねたところ、金属粉末の粗粒分と微粒分とを区分して取扱ひ、それぞれの特性を生かすことによって極めて優れた粉末冶金用原料粉を比較的簡易に製造できることを知った。

ここに、本発明の要旨は、金属粉末を粗粒分と微粒分とに区分し、両者を適正な配合比で混合して、粗粒分の周囲に微粒粉が均一に付着した粒子集合体に造粒することを特徴とする粉末冶金用金属粉末の製造方法である。

まず、第1図によって本発明の基礎となる粉末集合体の物性を説明する。第1図の(イ)は微粒粉だけの集合状態である。これは焼結性にすぐれているが、圧縮性、成形性に劣る。(ロ)は粗粒粉だけの集合体で、これは圧縮性、成形性にはすぐれるが、焼結性は著しく劣り、焼結製品の強度が十分に得られない。(ハ)、(ニ)は微粒粉末と粗粒粉末の混合である。この場合、微粒粉末が一部に偏在して混合しており、そのため焼結性にすぐれた部分(微粒粉の部分)と圧縮性、成形性にすぐれた部分とが分かれている。このような粉

末を用いて焼結した場合、粉末同志の結合(いわゆるネック)の成長に不十分な部分が生じ、強度の低下がおこる。

第1図の(ホ)は粗粒粉と微粒粉の混合体でしかもその混合状態が理想的なものである。即ち、(ホ)の状態では、圧縮性、成形性にすぐれた粗粒粉が焼結性にすぐれた微粒粉で均一に覆われており、これを圧縮成形して焼結した時密度の高い高強度の製品が得られる。

たとえば、アトマイズ法によって製造された金属粉末では、粗粒粉と微粒粉とが無作為に混在しているから、これを前述(3頁)の工程で処理すれば通常第1図(イ)～(ニ)の粒子集合体が混在したものとなる。粉末の大部分を(ホ)のような形態のものにするには何らかの特別な処置をとらなければならない。

本発明では、粉末製造工程(アトマイズ法、還元法、電解法、粉砕法等いずれの方法でもよい)で得られる粉末を、そのまま次工程、即ち還元や脱炭、焼鈍等の工程、へ送らず、粗粒分と微粒分

とを一旦区分し、改めてこれらを適正な混合率で配合するという新しい方法を採った。一般に粉末製造工程で得られた金属粉は第2図(イ)に示すように、その粒度分布はほぼ正規分布に近い。本発明でいう粗粒分、微粒分とは次の2つの定義を包含する。①第2図(イ)において、破線で示す境界の前段で区分する場合、例えば境界を250メッシュの上下とすれば、250メッシュの篩上を粗粒分といい、篩下を微粒分という。②第2図(ロ)に示すように、異なる方法又はラインで製造された粒度分布の異なる粉末(A、B)においては、Aを粗粒分、Bを微粒分と称する。③の場合、AとBとは成分組成が同一でも、相互に異なるものでもよい。

このように区分した粉末は、第1図(ホ)に示す集合状態が得られるように、即ち粗粒粉のひとつひとつができるだけ、均一に微粒粉で覆われるように、適正な混合比で配合される。混合比は、一義的には決めれないが、所望の焼結体の特性に応じて、粗粒分の平均粒度と微粒分の平均粒度が

ら近似的に計算して個々に決定することができる。

金属粉末の粗粒粉と微粒粉の成分又は組成が同じ場合においては一般に、粗粒粉50～80% (重量)、微粒粉20～50% (重量)が好ましい。金属粉末の粗粒粉と微粒粉の成分又は組成が互いに異なる場合においては、一般に、粗粒粉80～99% (重量)、微粒粉1～20% (重量)が好ましい。

前述のとおり微粒粉と粗粒粉との区別は相対的なもので十分であるが、用途に応じて250メッシュ、350メッシュあるいは700メッシュを境界に分けてもよい。粗粒粉とは主体が粗粒粉であればよく、粗粒粉中に一部微粒粉が混入していても差しつかえない。第2図(ロ)に示すようなA、B2種類の粉末を用いた場合、Aの微粒分(A')は微粒粉末として作用し、一方、Bの粗粒分(B')は粗粒粉末として働く。従ってA、Bそれぞれの粒度分布が分かっているならば、その配合比率を適正に選ぶことは難しくない。

本発明の好適態様によれば、袖アトマイズ製粉の場合、粗粒粉を-60メッシュ、微粒粉を-250

60/250

メッシュとすることができる。

その他、例えば、粗粒粉をいくつかに分級し、それぞれについて微粒粉を配合、混合して造粒してもよい。このように微粒粉と粗粒粉との区別、組合せには多くのものが考えられるが、いずれも粗粒粉に微粒粉を付着させるという作用効果を示す限りにおいて本発明の範囲内である。しかし、その境界は好ましくは実用的には350メッシュ、品質面からみれば700メッシュであり、工業的には350メッシュが周辺設備技術を含めて工業化しやすい境界である。

金属粉末の粗粒粉と微粒粉の成分または組成が互いに異なる場合たとえば鉄粉とNi、Mo、Co系の添加合金粉とをブレミックスする場合においては、鉄粉の粗粒粉はアトマイズ法により製造され、微粒粉(Ni、Mo、Co等の添加合金元素粉)は、どのような方法で製造されてもよい。例えば還元法、電解法、粉砕法等、特に制限はない。また、粗粒粉と微粒粉とは、相対的なものでよいのでベース粉、添加合金元素粉の分級を特に必要としない

ダーが浸透すると微粒粉同士の付着が生じやすい。したがって、本発明によれば、付着の生じ難い粗粒粉をまず濡らし、これに乾いた微粒粉を共存させることにより、そのバインダーの表面張力を利用して粗粒粉表面に可及的に均一に付着させるのである。これによりその後の搬送工程での比重差による望ましくない分級も阻止できる。

なお、かかるバインダーはそれに続く加熱処理に際し除去され、同時に微粒粉の粗粒粉表面への付着が行われる。

(作用)

第3図は、本発明方法の1例を示すフローチャートである。粗粒粉と微粒粉とを先ず用意し、これらを適宜割合で配合、バインダーを使用しあるいは使用せずに造粒工程に送り、混合し造粒して、粗粒の周りに微粒粉をまぶした状態にするとともに、所要粒徑にまで造粒する。次いでこれを通常行われる還元、脱炭素または焼鈍のための加熱工程に送る。一般にこのときの処理条件は600~1200℃で処理時間は15~60分間程度である。この工程

が、微粒粉として250メッシュより細かい粉末を用いるのが望ましい。

本発明における造粒工程は、①粉末製造工程中の加熱(還元、脱炭、焼鈍等のための加熱)の前に行う場合と、②粉末製造工程を出て、焼結法による製品の製造工程において行う場合、とがある。異種粉末のブレミックス法では、②が採用される。いずれの場合も、粗粒粉と微粒粉とを、適正比率で配合してよく混合すれば所望の粒子集合体がえられる。しかし、造粒工程で適当なバインダーを使用することは好ましい。この場合、粘着性バインダーによって表面を濡らした粗粒粉と、乾燥した微粒粉とを配合、混合するのである。粗粒粉と微粒粉とをただ単に混合するだけでは、必ずしも微粒粉が粗粒粉の周りに均一にまぶされることにはならない場合があり、また混合後、搬送工程において分離することも考えられるから、これらの欠点を確実に防止するために混合時に付着させてしまうのである。その場合、単に粘着性バインダーを使用しただけでは、例えば粒子全体にバイン

binder

で粗粒粉と微粒粉の界面で拡散焼結が起こり両者の結合が強化される。

上記の加熱処理により一部塊状になった原料粉はさらに軽粉砕するとともに、分級して余りにも大きい部分を除去する。これを焼結原料粉末とするには用途に応じて適宜粒度のもをブレンドして粒度分布を所要のものに調整するのである。

原料粉末が同一の製造ラインから得られる場合の上記の各工程における粉末粒子の形状変化を第4図に模式的に示す。例えば、液体アトマイズ粉である出発金属粉末を予め分級して粗粒粉と微粒粉とを用意し(第4図(a)および(b)参照)、これらを適宜割合で配合、混合し、バインダーを使用し、あるいは使用せずに、造粒し、ちょうど大きな粒子の周りに細かい粒子がまぶされたようにし(第4図(c)参照)、次いでこれを加熱処理することにより、微粒粉の付着を密着なものとするのである(第4図(d)参照)。

ここで、本発明の特徴である分級、造粒工程についてさらに説明する。

debinding

粗粒粉、微粒粉の分級は、所要の焼結原料粉末の粒度構成、用途により異なるが、前掲の第1表に示すような一般的な水アトマイズ、油アトマイズ粉では、250メッシュまたは350メッシュで、場合によっては700メッシュで粗粒粉側と微粒粉側とに分ける。

粗粒粉には予めバインダーを付着させておく、これに微粒粉を配合、混合することにより、粗粒粉の周りに微粒粉がちょうどまぶされるようになって造粒が行われるので有利である。

この場合使用する粘着性バインダーとしては粉末冶金用潤滑剤として多量に使用されている液体アトマイズ法の噴霧媒である植物油、植物油、動物油、水を利用するのが、工業的には安価となる。粗粒粉を液体アトマイズ法で製造する場合は、噴霧媒の除去(乾燥)を調整することによって、粗粒粉表面をバインダーで濡らしたのと同じ状態が得られる。また、他の粘着性バインダーとしては、炭化水素系化合物(例:パラフィン、樹脂 etc.)があり、これを使用すれば、後処理が容易で、コ

スト的に有利である。

粗粒粉表面を粘着性バインダーで濡らす場合、400℃以下で液体状とならなければならないため、その融点は400℃以下とするのが好ましい。一方、造粒粉の脱バインダー工程において、600℃以上では粗粒粉と微粒粉との接着が生じ始めるため、クラッキング、設炭等の現象、残渣の存在等が生じ、粉末の硬度を高くするとともに、圧縮性を低下させる原因となる。したがって、バインダーの融点は高々500℃が好ましい。

粘着性バインダーの添加量は、バインダーの種類により最適値が異なるが、一般には、粉体全量に対し1~10重量%の配合で引張強度の上昇が認められ、特に1~5重量%においてその効果が顕著である。この添加量が10重量%を超えると、粘着性バインダーが微粒粉に浸透してしまい、その結果バインダーの表面張力により微粒粉同士の造粒物が生じ易くなり、圧縮性の低下は免れない。しかし、1重量%未満の場合にはバインダーが粗粒粉表面を十分に濡らすことができないから、そ

の効果を発揮できない。

このようなバインダーの配合およびそれに続く粗粒粉と微粒粉との混合・造粒方法は、要するに粗粒粉表面に均一に付着すれば充分であり、その限りにおいて制限はないが、好ましくは機械的脱脂方法、例えば粗粒粉の上から微粒粉をふりかけながらクッキングと振動を与えて機械的に脱脂する方法、攪拌羽根を利用して混合する方法、等がある。混合時間があまり長時間である必要はなく、数分から1時間までで充分である。

油アトマイズの噴霧媒である油をバインダーとした場合の分級、造粒についてさらに具体的に説明する。

油アトマイズにより得られたアトマイズ粉は60メッシュアンダーで平均粒径が65~80μmであるような粒度分布を持っている。これらの粉末を遠心分離機等により強制脱油する前に、油の中で金属粉が懸濁した状態において噴霧媒である油を利用した湿式分級により250メッシュを境に粗粒粉と微粒粉とに分級した後、粗粒粉は10%程度に

まで強制脱油、微粒粉は強制脱油後乾燥する。

適度の油分が付着した粗粒粉群に乾燥した微粒粉を定量供給しながらベレックタイダー式の造粒機を用いて造粒する。粗粒粉と微粒粉との配合割合は6:4(重量)であった。造粒後、加熱処理を兼ねて、油アトマイズの時に0.3~0.5%溶炭した炭素分を低減させるために脱炭炉に投入して加熱処理した。このときの、昇温、脱炭過程においてみられる焼結現象により粗粒粉に微粒粉を固く付着させた後、粉砕により造粒粒子同士のゆるい付着を解砕して、再び分級、ブレンドして成品粉末とする。

次に、第5図ないし第7図は、本発明にかかる方法を実施するための各変更具体例の工程図である。

第5図では、液体アトマイズ粉を先ず固液分離し、次いで乾燥してから、粗粒粉と微粒粉とに分級し、それらを再び適宜割合で配合、混合して造粒するのである。造粒してからは加熱処理により粗粒粉と微粒粉との付着を強化し、さらに粉砕時

工程を経て、焼結原料とするために再び分級、ブレンドの各工程を経て粉末冶金用の金属粉末とす
20である。軽粉砕工程は粗粒粉同士などのゆるい結合を破壊するために行うもので、加熱処理の際の粒子同士の焼結の程度によって、必要に応じ行うことができる。

第6図は、第5図の工程の一部を変え、液体アトマイズ粉を乾燥してから、還元・脱炭後、粉砕して分級することから成る方法を示す。水アトマイズの場合には還元工程を、油アトマイズの場合には脱炭工程を利用することができる。軽粉砕工程は造粒物同士の付着、固着を解砕するものである。

第7図は、固液分離に先立って湿式で分級を行う例を示すものである。この場合には、水アトマイズ粉では水を、油アトマイズ粉では油をそれぞれ造粒工程でのバインダーとして利用するものである。一般的には固液分離の前に湿式で分級し、必要液体量まで液体分離（例えば遠心分離機による液体分離）を行い、次いで造粒し、乾燥後、

と微粒粉とに区分し、次いで100/150、150/200、200/250そして250/350メッシュの各粗粒粉に上記微粒粉をほぼ4:1~2:1の割合で配合してバインダーなしで造粒した。加熱処理は900℃で60分間行った。処理条件は第3表にまとめて示す。比較のため従来法によるものも併せて示す。

加熱処理を行うのである。

第8図は、特に異種粉末のプレミックスに本発明を適用する場合を示す。それぞれ別個の粉末製造工程から送られてくる粗粒粉（たとえば純鉄粉）と微粒粉（Ni、Cu、Mo等の低合金粉）とを所定の比率で混合し、造粒するのである。この時もバインダーの添加は任意である。これらの粉末は、すでに還元、焼純等の熱処理をすませたものである場合に、造粒の後の加熱は必ずしも必要としない。そのまま、圧縮、成形し、焼結工程に送ればよい。

次に本発明を実施例によってさらに詳細に説明する。

実施例1

本例では第6図に示す工程に従い第2表に示す組成の粉体を通常の油アトマイズ法により製造し、前掲の第1表に示す粒度分布とほぼ同一の油アトマイズ粉を得た。

このようにして得た油アトマイズ粉を遠心分離機を使い固液分離後、350メッシュを境に粗粒粉

第2表

	C	Si	Mn	Co	Ni
重量分率 (wt%)	0.005	0.01	0.90	0.01	0.01

	Cr	Mo	O
	1.02	0.20	0.050

第3表

	アトマイズ	固液分離	脱炭	軽粉砕
従来法	出水量 10.0kg/min 比油量 5.0	遠心 分離機	970℃×1hr N ₂ -H ₂ O	バルベライ ザーによる 軽粉砕

	アトマイズ	固液分離	分級・造粒*	脱炭	軽粉砕
本発明法	従来法と同じ	従来法と同じ	350メッシュで分離、バインダーは使用せず	970℃×1hr N ₂ -H ₂ O	バルベライザーによる軽粉砕

(注) * +100メッシュはそのまま使用100/150、150/200、250/250、250/350各メッシュの粉末に-350メッシュの微粒粉を配合、Vブレンダー（JBT-90）にて40分混合して造粒。

得られた加熱処理済みの粉末をさらに結粉砕、分級、ブレンドの各工程を経て、第4表に示す粒度分布を有する粉末に調整した。このとき得られた造粒粉の顕微鏡組織写真(倍率400)を第9図に示す。歩留り、粉体特性は第5表にまとめてしめす。

第 4 步

メッシュ	+60	60/100	100/150	150/200	
重量分率 (wt%)	0	10/15	15/30	20/35	

	200/250	250/350	-350
	5/20	10/25	10/25

(注) A/D は上限が A 、下限が D であることを示す。

第 5 卷

	-60メッシュ 歩留 90	見附密度 (g/cm ²)	流動性 (sec/g)
従来法	92	3.02	21/50
本発明性	98	2.98	22/50

標準的な粉末冶金用原料として使用可能な60メッシュ以下の粉末の歩留が本発明方法の採用によって約6%改善され良好であるのは、脱炭素に分類して粒度コントロールしていることによる。見掛け密度、流動度から本発明方法の粉末が若干不規則形状になっているようである。

次に、第4麦の粒度分布をもち、第5麦の粉体特性を備えた、本発明および従来法により製造された粉末をそれぞれ使って、圧粉体の成形および焼結を行った。

結果を第6表および第7表にまとめて示すが、これらのデータからも本発明方法は圧縮性、成形性といった圧粉体特性、引張、伸びといった焼結体特性を向上させるすぐれた方法であることが分かる。

第 7 表

	引張強度 (kgf/cm ²)	伸び (%)
従来法	115	2
本発明法	125	2.5

(注) 試驗條件

- ① 0.8 % ステアリン酸亜鉛
0.6 % 亜鉛系添加剤
② 焼結前条件 圧粉体密度 7.0 g/cm^3
③ 焼結条件 1250 °C × 30 分
 N_2 雰囲気
④ 焼結後条件
850 °C × 30 分 N_2 雰囲気
油焼入れ ×
400 °C × 1 hr N_2 雰囲気
焼戻し ×

实施例 2

油アトマイズ法によって得られたアトマイズま
まの燐粉を用い、-60メッシュ、-100メッシュ、
-250メッシュそして-350メッシュにそれぞれ
分級するとともに-60メッシュ、-100メッシュ
を粗粒粉とし、この粗粒粉に粘着性バインダーと
して実物油（スーパーハイランド40、日本石油
製）を配合し、造粒を行った。使用した油アト
マイズまみ燐粉の組成を表2、表3に、造粒条件を表9

第 6 表

	成 形 圧					
	5 t/cm ²		8 t/cm ²		7 t/cm ²	
	圧切体密度 (g/cm ³)	ラトラー値 (%)	圧切体密度 (g/cm ³)	ラトラー値 (%)	圧切体密度 (g/cm ³)	ラトラー値 (%)
従来法	6.50	1.00	7.05	0.80	7.15	0.05
本発明法	7.00	0.50	7.15	0.67	7.20	0.50

QD : 0.2 ステアリン酸と0.6 %脂肪を添加

表にまとめて示す。

第8表

	C	Si	Mn	P	S
重量分率 (wt %)	0.48	0.01	0.66	0.012	0.056

	Cu	Ni	Cr	Mo	O
	0.01	0.01	0.91	0.23	0.05

第9表

試料 №	バイン ダー量 (wt %)	混合 方法	粗粒粉 粒度 (mesh)	微粒粉 粒度 (mesh)	粗粒粉/ 微粒粉 比率	備 考
1-1	5	A	- 60	- 250	50/50	本 発 明 例
1-2	5	A	- 60	- 350	50/50	
1-3	5	A	- 100	- 350	50/50	
1-4	5	A	- 100	- 350	70/30	
1-5	5	B	- 100	- 350	50/50	
1-6	—	—	—	—	—	比 較 例
1-7	1	C	- 100	- 350	50/50	
1-8	3	C	- 100	- 350	50/50	
1-9	5	C	- 100	- 350	50/50	
1-10	10	C	- 100	- 350	50/50	
1-11	10	C	- 100	- 350	50/50	
1-12	10	C	- 100	- 350	70/30	
1-13	10	C	—	—	—	

注) * 混合方法 A: 粗粒の上から微粉をふりかけながらタッピングと振動を与える。
 B: 粗粒へ微粉を投入しながら攪拌羽根を用いて混合。
 C: 粗粒、微粉とを同時に投入して、Vブレンダで38rpm、40分混合。

次いで、このように配合され、造粒された後、水素雰囲気中で600℃×20分加熱してから900℃×13分H₂O含有水素雰囲気中で加熱し、さらに970℃×10分水素雰囲気中で加熱して脱炭処理を行

い、粉砕した。粉砕した粉末について、下記要領で粉体特性、圧粉体特性、焼結体特性を調査した。

圧粉体特性: Zn-St 0.8%添加、5 Ton/cm²

焼結体特性: 0.5 %C - 0.8 %Zn-St

7.10g/cm³に調整、1250℃×30分H₂

雰囲気下で焼結、同じくH₂雰囲気

下で850℃×30分加熱してから油

焼入れ、200℃×60分H₂雰囲気下

で焼戻。

その結果を第10表にまとめて示す。

それからも分かるように、従来法に比べ引張強

度、シャルピー衝撃値を向上させるだけであれば、

試料№1-7から1-12のように微粒粉量を増加

させることによりある程度の改善は可能である。

しかし、先にも述べたように、その場合、圧縮性の低下が著しい。これに比較して、本発明によれば、微粒粉量を増やしたにもかかわらず、圧縮性、成形性の向上が認められる。

また、-60メッシュの歩留りも、第10表に示すごとく、かなりの改善がみられる。

さらに、本発明による混合方法の相違もその特性に大きな影響を与える。例えば、試料№1-3および1-5を比較すると分かるように、その差違は混合方法の差違、つまり粒子形態の相違にもとづくものである。望ましくは、混合方法Aを使用することが特性改善にはよい。

第10表

区分	試料 番号	出発粒度分布 (メッシュ, 重量%)						反応後粒度分布 (メッシュ, 重量%)						粉体特性		圧縮特性		造粒特性	
		60 ~ 100	100 ~ 145	145 ~ 200	200 ~ 250	250 ~ 350	-350	+60	60 ~ 100	100 ~ 145	145 ~ 200	200 ~ 250	250 ~ 350	-350	真密度 (g/cm ³)	ρ (g/cm ³)	フロー 値 (90)	引張強度 (kgf/cm ²)	シャルピー値 (kgf/cm ²)
本 発 明 例	1-1	5.9	7.5	11.0	5.5	35.3	34.8	6.0	12.8	26.5	26.9	12.6	8.5	6.7	2.87	6.88	0.60	126	2.3
	1-2	5.9	7.5	11.0	5.5	10.2	59.9	5.9	12.4	29.1	27.2	8.6	7.4	9.4	2.84	6.87	0.53	128	2.3
	1-3	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	3.9	14.4	24.4	24.2	12.7	8.5	11.9	2.81	6.87	0.53	129	2.5
	1-4	—	11.8	17.6	8.7	16.1	45.8	4.5	14.3	24.5	24.6	10.0	9.8	12.9	2.83	6.89	0.51	127	2.4
	1-5	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	6.5	13.3	25.6	25.7	6.8	7.3	14.8	2.78	6.83	0.71	121	2.2
比 較 例	1-6	11.8	14.9	22.1	10.9	20.3	20.0	9.3	19.3	23.1	22.5	9.8	7.4	8.6	3.14	6.80	0.85	110	1.5
	1-7	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	25.6	26.0	19.8	14.0	4.8	4.9	4.9	2.67	6.71	0.95	120	2.0
	1-8	—	11.8	17.6	8.7	16.1	45.8	20.2	21.0	21.1	18.3	6.8	6.7	6.1	2.71	6.73	0.82	117	1.8
	1-9	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	25.7	28.4	19.2	13.2	4.1	4.9	4.5	2.65	6.70	0.85	121	1.9
	1-10	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	26.8	27.6	19.8	13.5	3.5	4.8	4.0	2.64	6.69	0.84	120	1.9
	1-11	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	27.5	27.5	20.4	12.8	3.6	5.0	3.2	2.63	6.69	0.85	121	2.0
	1-12	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	28.1	29.3	20.1	12.1	3.1	4.1	3.2	2.63	6.68	0.84	119	1.9
	1-13	—	8.5	12.5	6.2	11.5	61.3	30.4	30.8	19.6	11.4	2.8	2.9	2.1	2.55	6.65	0.85	118	1.8
	1-14	—	11.8	17.6	8.7	16.1	45.8	21.3	22.1	21.4	16.9	6.8	6.6	4.9	2.69	6.72	0.82	115	1.8
	1-15	11.8	14.9	22.1	10.9	20.3	20.0	10.4	20.5	23.8	21.8	9.8	7.1	4.6	2.98	6.76	0.84	110	1.5

・シャルピー値

実施例3

油アトマイズ法によって得られた市販鋼粉を用い、粘着性バインダーとしてロウ（ロストワックス K-21、加藤洋工製）を使用して、従来法と比較した本発明の特性を評価した。使用したアトマイズ鋼粉の組成、粒度分布を第11表および第12表にそれぞれまとめて示す。

第11表

	C	Si	Mn	P	S
重量分率 (wt%)	0.005	0.01	0.66	0.012	0.056

	Cu	Ni	Cr	Mo	O	N
	0.01	0.01	0.91	0.23	0.10	0.003

第12表

(メッシュ, wt%)

	60/100	100/145	145/200	200/250	250/350	-350
%	19	27	13	20	12	

第13表

試料 No	バイン ダー量 (wt %)	混合 方法	粗粒粉 粒度 (mesh)	微粒粉 粒度 (mesh)	粗粒粉/ 微粒粉 比率	備考
2-1	3	E	-100	-350	50/50	
2-2	3	E	100/250	-350	50/50	
2-3	3	E	-100	-350	70/30	
2-4	3	F	-100	-350	50/50	
2-5	—	—	—	—	—	

注) 混合法 E: 粗粒粉とロストワックスを入れ、120℃で攪拌羽根を用いて混合後、乾いた微粒粉を投入しながら混合。
F: 粗粒粉、微粒粉、ロストワックスを同時に投入、120℃で攪拌羽根を用いて混合。

次いで、このようにして造粒した粉末を使って、950℃×60分、水素雰囲気中で熱処理した後、粉砕し、60メッシュで分級した粉末の実施例2と同様にして調査した各種特性を第14表にまとめて示す。

これらの結果から、圧縮性、流注性の向上が認められる。

試料No 2-4のように、粗粒粉、微粒粉に分け

ずに、それらの混合物にバインダーを添加しただけでは焼結体の強度、靱性の低下が著しい。

第14表

試料 No	粉体 見掛密度 (g/cm ³)	巨粉体特性		焼結体特性		備考
		ρ	Ra	T.S.	Ch	
2-1	2.80	6.88	0.62	130	2.6	
2-2	2.81	6.90	0.60	133	2.7	
2-3	2.85	6.89	0.63	128	2.5	
2-4	2.63	6.70	0.98	118	1.7	
2-5	3.14	6.80	0.85	110	1.5	

なお、第10図は、バインダーの添加量と焼結体の引張強度との関係を示すグラフである。バインダーを添加することにより強度は改善され、その効果は1重量%以上のバインダーを配合する場合に見られ、一方、10重量%を超えると、むしろ強度が低下する。バインダーの種類を問わず、共通して見られる傾向である。ここで、引張強度は実施例2と同様にして得られる焼結体について測定されたものである。

添加した場合には、引張強度で約10 kgf/cm²、衝撃値で約0.5 kgf/cm²の向上が認められる。Cuはこれらに比べれば顕著な向上は認められないが、特性の向上は認められる。これはCuは1083℃という低融点物質であるため、初期圧粉体の状態でまぶされていなくても、溶けることによってその差違をすくなくしているためである。それに比べNi、Mo、特にMoは難拡散性であるため、よりその効果が顕著に現れている。

第15表

試料 No	組成	混合 方法	焼結体特性 **		備考
			引張強度 (kgf/cm ²)	シャルピー 衝撃値 (kgf/cm ²)	
3-1	Fe-3Ni	G	84	1.4	
3-2	Fe-1Mo	G	80	1.1	
3-3	Fe-2Cu	G	83	1.0	
3-4	Fe-3Ni	H	76	0.9	
3-5	Fe-1Mo	H	70	0.8	
3-6	Fe-2Cu	H	78	0.8	

実施例4

本例では、粗粒粉として純鉄粉を、微粒粉として添加合金元素のNi、Mo、Cu粉を配合した場合について説明する。

使用した粉末の性状を第15表に示す。

第15表

		粒度	仕様
ベース粉	純鉄粉	-60メッシュ (平均径80μm)	油アトマイズ法
添加元素	Ni	平均径10μm	還元粉
	Mo	平均径5μm	還元粉
	Cu	平均径20μm	電解Cu粉

このようにして用意した粉末を次に、第16表に示す混合方法によって混合し、実施例2にしたがって焼結した。そのときの混合方法および焼結体の特性を第16表にまとめて示す。なお、バインダーは鉱物油（スーパーハイランド40、日本石油御製）を使用した。

これらの結果からも明らかなように、Ni、Moを

注) * : G: 鉄粉表面を油で濡らし、乾いた合金元素粉末を投入、混合。

H: Vブレンダーにて混合。バインダー不使用。

** : 0.6% C、0.8% Zn-Si添加後、 $\rho = 7.10$ に調整、1150℃×30分、N₂雰囲気で焼結。同じくN₂雰囲気中850℃×30分加熱し、油焼入れ、大気中で200℃×60分焼戻。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、粉末の混合状態を模式的に示す図；

第2図は、粗粒粉と微粒粉の定義を説明する図；

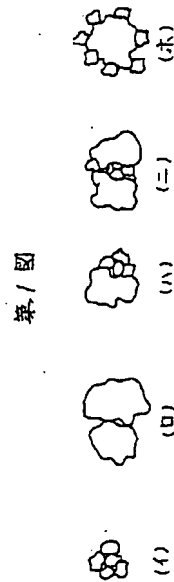
第3図は、本発明にかかる方法の各工程を示すフローシート；

第4図は、本発明における分級、造粒そして加熱処理工程における粒子形態の変化を模式的に示す説明図；

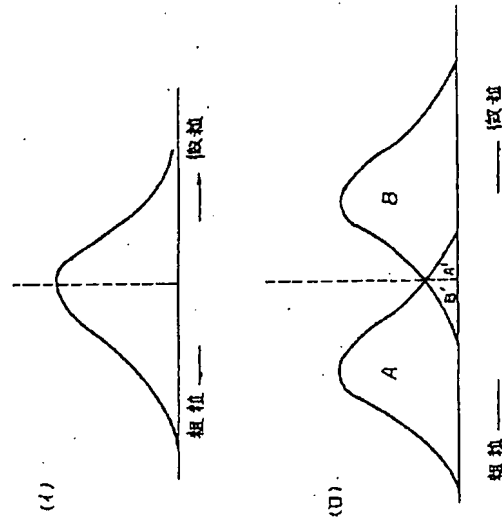
第5図ないし第8図は、本発明方法の各具体化例を示すフローシート；

第9図は、本発明の実施例により得られた金属粒子の顕微鏡写真図；

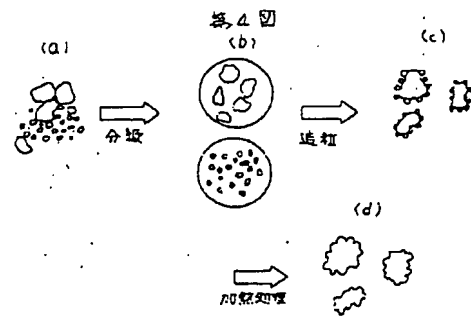
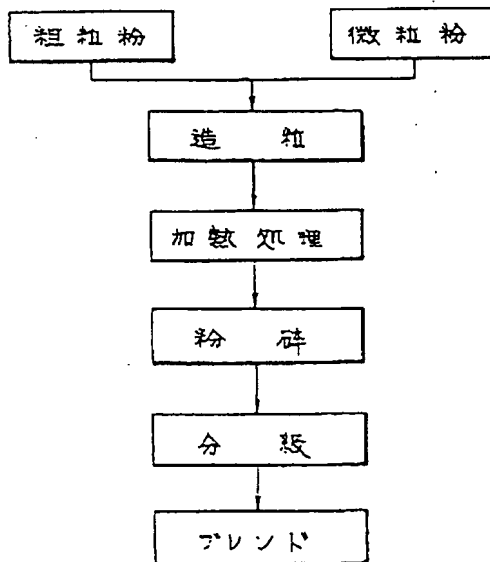
第10図は、バインダー添加量と焼結体引張強度との関係を示すグラフである。



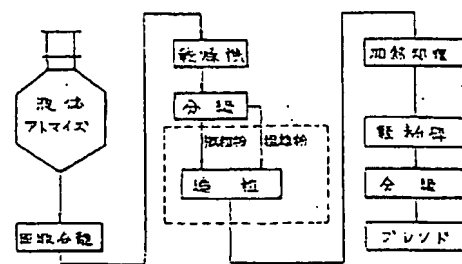
第2図



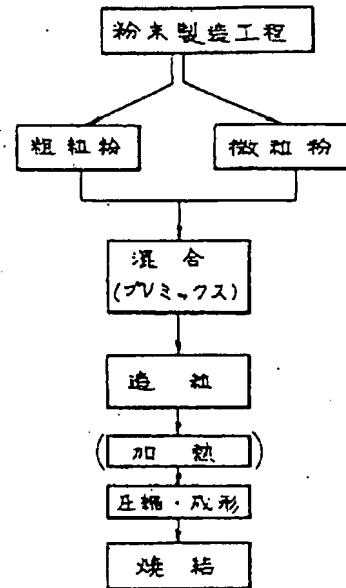
第3図



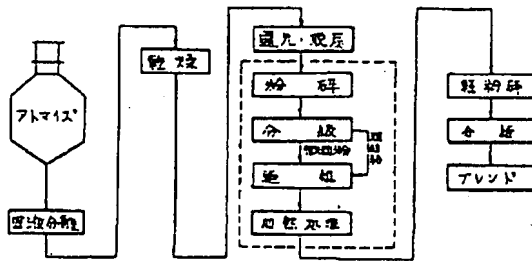
第5図



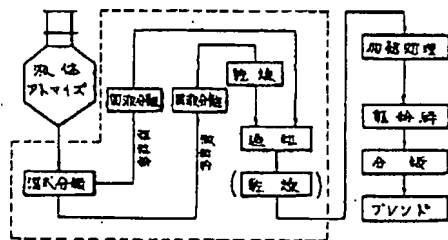
第8図



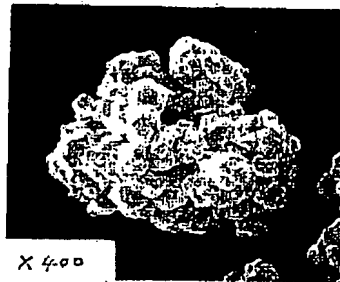
第6図



第7図



第9図



第10図

